

AN, 1998:631525 CAPLUS

DN 129:252314

TI Nanocrystalline **particle**-containing material and method for its preparation

IN Ptatschek, Volker; Spanhel, Lubomir; Mueller, Gerd; Westphaeling, Ralf; Klingshirn, Claus; Gindele, Frank; Woggon, Ulrike

PA Fraunhofer-Gesellschaft zur Foerderung der angewandten Forschung e.V., Germany; Universitaet Karlsruhe

SO Ger. Offen., 6 pp.

CODEN: GWXXBX

DT Patent

LA German

IC ICM B01J013-00

ICS G02F001-35; H01S003-16

CC 73-10 (Optical, Electron, and Mass Spectroscopy and Other Related Properties)

Section cross-reference(s): 75

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	DE 19710685	A1	19980917	DE 1997-19710685	19970314
PRAI	DE 1997-19710685		19970314		

AB Materials for electronic or **optical** applications (e.g., **laser active media** or nonlinear **optical** waveguides) are described which comprise matrix-free films of nanocryst. **particles** obtained from a sol that included a stabilizing ligand (e.g., an aminopropylsilane). The **particles** may comprise Group IIB **chalcogenides** (e.g., CdSe). Methods for prep. the materials entail prep. a sol contg. nanocryst. **particles** and a stabilizing ligand, applying it directly to a substrate, and letting the film cure.

ST nanocryst **particle** film sol prodn

IT Silanes

RL: NUU (Other use, unclassified); PEP (Physical, engineering or chemical process); PROC (Process); USES (Uses)
(amino, aminopropyl; nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing)

IT **Sol-gel** processing
(coating; nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing ligands)

IT Solid state lasers
(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. for)

IT Sols
(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from)

~~IT Group IIB element **chalcogenides**~~
RL: DEV (Device component use); PEP (Physical, engineering or chemical process); PROC (Process); USES (Uses)
(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing ligands)

IT Optical waveguides
(nonlinear; nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. for)

IT Amines, uses
RL: NUU (Other use, unclassified); PEP (Physical, engineering or chemical process); PROC (Process); USES (Uses)
(silyl, aminopropyl; nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing)

IT Coating process
(**sol-gel**; nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing ligands)

IT 919-30-2, 3-Aminopropyltriethoxysilane
RL: NUU (Other use, unclassified); PEP (Physical, engineering or chemical process); PROC (Process); USES (Uses)
(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from sols contg. stabilizing)

IT 1306-24-7, Cadmium selenide, uses
RL: DEV (Device component use); PEP (Physical, engineering or chemical process); PROC (Process); USES (Uses)

(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from
sols contg. stabilizing ligands)
IT 543-90-8, Cadmium acetate 4099-46-1, Bis(trimethylsilyl)selenide
RL: RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent)
(nanocryst. **particle**-contg. materials and their prepn. from
sols contg. stabilizing ligands)
RE.CNT 8 THERE ARE 8 CITED REFERENCES AVAILABLE FOR THIS RECORD

RE

- (1) Anon; EP 0104283 A1 CAPLUS
 - (2) Anon; EP 0350861 A2 CAPLUS
 - (3) Anon; DE 2857147 A1 CAPLUS
 - (4) Anon; DE 4133621 A1 CAPLUS
 - (5) Anon; DE 4437469 A1 CAPLUS
 - (6) Anon; US 4772660 CAPLUS
 - (7) Anon; US 5030608 CAPLUS
 - (8) Anon; DE 69215539 T2
-



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Off nl gungsschrift
10 DE 197 10 685 A 1

51 Int. Cl.⁶:
B 01 J 13/00
G 02 F 1/35
H 01 S 3/16
G 02 F 1/35

21 Aktenzeichen: 197 10 685.4
22 Anmeldetag: 14. 3. 97
43 Offenlegungstag: 17. 9. 98

DE 197 10 685 A 1

71 Anmelder:
Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE;
Universität Karlsruhe, 76131 Karlsruhe, DE

74 Vertreter:
PFENNING MEINIG & PARTNER, 80336 München

72 Erfinder:
Ptatschek, Volker, Dipl.-Chem., 97204 Höchberg,
DE; Spanhel, Lubomir, Dr.rer.nat., 97082 Würzburg,
DE; Müller, Gerd, Prof.Dr.rer.nat., 97084 Würzburg,
DE; Westphäling, Ralf, Dipl.-Phys., 67227
Frankenthal, DE; Klingshirn, Claus, Prof.Dr., 76135
Karlsruhe, DE; Gindele, Frank, Dipl.-Phys., 76133
Karlsruhe, DE; Woggon, Ulrike, Dipl.-Phys.Dr.habil,
76135 Karlsruhe, DE

56 Entgegenhaltungen:

DE	44 37 469 A1
DE	41 33 621 A1
DE	28 57 147 A1
DE	6 92 15 539 T2
US	50 30 608
US	47 72 660
EP	03 50 861 A2
EP	01 04 283 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Nanokristalline Partikel enthaltendes Material und Verfahren zur Herstellung

57 Die Erfindung betrifft ein nanokristalline Partikel enthaltendes Material und ein Verfahren zur Herstellung sowie die Verwendung von Materialien, bei denen die aus einem stabilisierende-Liganden-enthaltenden-Sol-abgeschiedenen Partikel matrixfrei im Film angeordnet sind. Der matrixfreie Film zeichnet sich durch eine hohe Reinheit und durch eine hohe Quanteneffizienz bei Raumtemperatur aus. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt als Einschnitt-Verfahren eine einfache und kostengünstige Herstellung erfindungsgemäßer Filme. Die matrixfreien Filme eignen sich beispielsweise als aktives Medium eines optisch gepumpten Lasers oder als nichtlinearer, optischer Wellenleiter.

DE 197 10 685 A 1

Die Erfindung betrifft ein nanokristalline Partikel enthaltendes Material für optische und elektronische Komponenten sowie ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen Materials.

Materialien auf der Basis niederdimensionaler Strukturen werden derzeit bereits häufig in kommerziellen Bauelementen eingesetzt. Insbesondere bei optischen Bauelementen konnte ein Vielzahl neuer Anwendungsgebiete erschlossen werden. Beispielhaft seien Halbleiterlaser genannt. Elektrisch gepumpte, zweidimensionale chalkogenidische Halbleiterschichten (Quantenfilme) beispielsweise zeigen eine hohe Quanteneffizienz bis zu 30%.

In letzter Zeit werden zunehmend auch Materialien mit nulldimensionalen Strukturen (Quantenpunkte, nanokristallinen Partikel) aufgrund der vorausgesagten guten optischen Eigenschaften interessant. Derartige Strukturen eignen sich u. a. für optisch gepumpte, planare Laser. Die theoretisch vorausgesagte Abnahme der Schwellstromdichte durch Erhöhung des Quantendimensionseffektes wird bei der Mehrzahl derartiger Materialien jedoch nicht gefunden. Die Ursache hierfür liegt in störenden nichtstrahlenden Prozessen und Sättigungseffekten des optischen Gewinns. Zusätzliche Rekombinationszentren, z. B. Störstellen oder Grenzflächeneffekte, führen dazu, daß die Quanteneffizienz optisch gepumpter nulldimensionaler Strukturen bei Raumtemperatur sehr gering ist und meist überhaupt nur bei tiefen Temperaturen unterhalb von 77 K beobachtet werden kann.

Bei der Herstellung von Quantenpunktstrukturen enthaltenden Materialien werden unterschiedliche Ansätze verfolgt. So werden beispielsweise Sol-Gel-Verfahren zur Herstellung verwendet. Bei diesen Verfahren werden Kristallite im Nanometer-Maßstab generiert und zur Stabilisierung in eine vernetzte Matrix eingebracht.

So ist es beispielsweise bekannt, CdS-Nanokristallite, welche durch einen Sol-Gel-Prozeß hergestellt wurden, in eine porenfreie anorganische Glasmatrix einzubetten (z. B. Room temperature optical gain in sol-gel derived CdS quantum dots, Appl. Phys. Lett. 69 (21), 3224-3226). Aus der DE 41 33 621 ist bekannt, in Solen stabilisierte nanokristalline Partikel in eine vernetzte Polymermatrix einzubringen.

Derartige Materialien und Herstellungsverfahren weisen jedoch eine Reihe von Nachteilen auf. So begrenzen Grenzflächendefekte zwischen den nanokristallinen Partikeln und der Glas- bzw. Polymermatrix die optische Qualität sowie die Quanteneffizienz dieser Komposit-Materialien beträchtlich. Neben den schlechten optischen Eigenschaften müssen auch umständliche und aufwendige Herstellungsverfahren in Kauf genommen werden. So erfordert beispielsweise die Einbettung von nanokristallinen Partikeln in Glasmatrizen eine Vielzahl von Prozessschritten, wie Oxidation, Sulfidierung und Verdichtung. Diese Schritte laufen bei ungünstigen hohen Temperaturen ab und sind außerdem mit langen Prozesszeiten verbunden. Auch die Einbettung nanokristalliner Partikel in eine Polymermatrix ist mit erheblichem verfahrenstechnischem Aufwand verbunden.

Ein weiterer Nachteil beider Verfahren ist die Tatsache, daß der Volumenanteil an nanokristallinen Partikeln mit typischerweise 10⁻²-10⁻⁵ Vol.-% außerordentlich gering ist. Diese Tatsache schränkt die Bauelementtauglichkeit derart hergestellter Materialien stark ein.

Ausgehend von den genannten Nachteilen des Standes der Technik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein nanokristalline Partikel enthaltendes Material zu schaffen, welches sich durch eine hohe Reinheit auszeichnet und eine hohe Quanteneffizienz sogar bei Raumtemperatur sowie einen optischen Gewinn aufweist. Weiterhin liegt der Erfin-

dung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung derartiger Materialien zur Verfügung zu stellen, welches eine einfache, schnelle und kostengünstige Herstellung erlaubt.

Diese Aufgabe wird durch ein nanokristalline Partikel enthaltendes Material gemäß dem Hauptanspruch der Erfindung und betreffend ein Verfahren zur Herstellung und die Verwendung eines derartigen Materials durch die Ansprüche 14 sowie 18 und 19 gelöst. Die jeweiligen Unteransprüche beinhalten bevorzugte Ausgestaltungen und Weiterbildungen der Erfindung.

Mit einem nanokristalline Partikel enthaltenden Material, bei welchem die aus einem stabilisierende Liganden enthaltenden Sol abgeschiedenen nanokristallinen Partikel als matrixfreier Films angeordnet sind, können bis zu 10 µm dicke Filme hoher Schichtqualität und optischer Güte realisiert werden.

So beträgt beispielsweise die Quantenausbeute der Fluoreszenz erfindungsgemäßer matrixfreier CdSe-Filme bei tiefen Temperaturen für die bandkantennahe Emission 3-5% und für die gesamte spektrale Effizienz 15%. Bei Raumtemperatur beträgt die gesamte Effizienz immer noch 1-3% und ist damit um einen Faktor 10 größer als bei herkömmlichen nanokristallinen II/VI-Partikeln, welche in eine Glas- oder eine Polymermatrix eingebettet sind.

Bei dem erfindungsgemäßen Material konnte das Auftreten von optischem Gewinn bei intensivem optischen Pumpen demonstriert werden. Die durch das Fehlen einer externen Matrix bedingte hohe Reinheit führt zu sehr geringen nichtstrahlenden Verlusten. Damit sind die Voraussetzungen für geringe Schwellstromdichten und hohe optische Nichtlinearitäten dritter Ordnung erfüllt. Aufgrund dieser Eigenschaften sind die vorgestellten Materialien hervorragend geeignet für den Einsatz in optischen Komponenten, beispielsweise für die Lasertechnik oder nichtlineare Photonik.

Ein wichtiger Aspekt der Erfindung ist die matrixfreie Stabilisierung der nanokristallinen Partikel in Form eines Films. Darunter ist zu verstehen, daß die einzelnen Kristallite nur untereinander verknüpft sind und - im Gegensatz zum Stand der Technik - keine Partikelstabilisierung über ein externes Glas- oder Polymernetzwerk erfolgt. Erstaunlicherweise können auch ohne derartige externe Netzwerke allein durch Brücken zwischen den nanokristallinen Partikeln auf naßchemischem Wege bis zu 10 µm dicke Filme realisiert werden. Derartige Schichtdicken sind ausreichend für viele Bauelementanwendungen. Insbesondere kann dabei von der hohen optischen Qualität der Filme aufgrund fehlender externer Matrizen profitiert werden kann.

Die matrixfreie Stabilisierung der nanokristallinen Partikel erfolgt durch an die nanokristallinen Partikel gebundene Liganden, welche untereinander vernetzbar sind. Derartige Liganden sind bevorzugt über eine Elektronendonator-Gruppe an die nanokristallinen Partikel gebunden und weisen eine weitere, organische oder anorganische vernetzbare Gruppe auf. Die Liganden können vorteilhafterweise neben der Filmstabilisierung auch zusätzlich eine Stabilisierung des die nanokristalline Partikel enthaltenden Sols bewirken.

Geeignete Liganden sind beispielsweise aus der DE 41 33 621 bekannt, auf deren diesbezügliche Offenbarung ausdrücklich Bezug genommen wird. Die Liganden werden dort als bifunktionelle Verbindungen bezeichnet und dienen ausschließlich der Stabilisierung des Sols, während das die nanokristalline Partikel enthaltende Material selbst über ein zusätzlich eingebrachtes Polymergerüst stabilisiert wird.

Die bifunktionellen Liganden haben die allgemeine Formel "X-Spacer-Y" (optional X=Y), wobei X und Y bevorzugt für Silane, Mercaptane, Amine, Carboxylate, Rhoda-

nide oder Phosphane stehen und als Spacer beispielsweise Alkane, Alkene oder Alkine mit einer Kettenlänge von bevorzugt 6 bis 20 Kohlenstoffatomen verwendet werden können. Auch elektronenleitende Spacer können eingesetzt werden, um eine elektronische Leitung in dem die nanokristallinen Partikel enthaltenden Material zu gewährleisten. Auf diese Weise läßt sich das erfindungsgemäße Material auch für elektronenleitende Komponenten einsetzen, da das Material kein externes isolierendes Netzwerk enthält, welches die elektrische Eigenschaften verschlechtern oder zu-

nichte machen würde. Gegebenenfalls kann zur Verbesserung der Filmhaftung auf einem Glassubstrat ein zusätzlicher Ligand (OH-Gruppen) vorhanden sein, welcher mit silicatischen Oberflächen reagiert und Sequenzen wie Partikel-Spacer-Metall-O-Si oder Partikel-Spacer-O-Si ermöglicht.

Große Schichtdicken konnten mit Aminopropylsilanen wie Aminopropyltriethoxysilan realisiert werden. Im matrixfrei stabilisierten Film sind die nanokristallinen Partikel dabei über SiO-Cluster untereinander verbunden. Eine gute Filmhaftung auf Glassubstraten wird durch die OH-Gruppen erzielt.

Da in dem erfindungsgemäßen Material auf eine externe Matrix verzichtet wird, sind hohe Anteile nanokristalliner Partikel von ungefähr 1 bis 10 Vol.-% realisierbar. Bei herkömmlichen, nanokristalline Partikel enthaltenden Materialien mit einer Polymer- oder Glasmatrix dagegen sind um Größenordnungen weniger Vol.-% an Partikeln in das Material eingebracht.

Bevorzugt werden Partikel aus binären oder ternären, transparenten Materialien verwendet, besonders bevorzugt aus II/VI-Halbleitern. Geeignete II/VI-Halbleiter können dabei zwei oder mehrere der Komponenten Cd, Zn, Hg und S, Se, Te enthalten. Gute Ergebnisse konnten insbesondere mit CdSe-Partikeln erzielt werden. Ternäre Materialien haben den Vorteil, daß über die Wahl der Materialkomposition die Absorptionsbande verschoben werden kann.

Die Partikel weisen einen Durchmesser von 1 bis 8 nm, bevorzugt zwischen 2 und 4 nm auf. Mit hochkonzentrierten Solen sind Schichtdicken von typischerweise 1 µm bis 10 µm erzielbar.

In dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials wird zunächst ein Sol hergestellt, das nanokristalline Partikel und stabilisierende Liganden enthält. Dieses Sol wird nach der Herstellung direkt auf ein Substrat aufgebracht und anschließend ausgehärtet. Weitere Verfahrensschritte, wie sie bei der Ausbildung einer externen Matrix erforderlich wären, können erfindungsgemäß entfallen.

Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials zeichnet sich dadurch aus, daß es ein Einschritt-Verfahren ist. Im Vergleich zu den Verfahren des Standes der Technik können erfindungsgemäße Materialien daher einfacher, schneller und kostengünstiger hergestellt werden. Insbesondere entfallen die verfahrenstechnisch aufwendigen Schritte zur Einbettung der in dem Sol kolloidal gelösten nanokristallinen Partikel in externe Netzwerke.

Erfindungsgemäß geeignete Sole entsprechen in ihrer Zusammensetzung den aus der DE 41 33 621 bekannten Solen. Wichtig ist jedoch, daß die erfindungsgemäßen Sole eine hohe Konzentration an nanokristallinen Partikeln – abhängig von der Teilchengröße – zwischen 0,01 M bis 3 M aufweisen, da entsprechende Konzentrationen Voraussetzung für erfindungsgemäße Schichtdicken sind.

Nach der Herstellung des die nanokristallinen Partikel mit stabilisierenden Liganden enthaltenden Sols können weitere bifunktionelle Liganden dem Sol zugesetzt werden, welche

eine Ligandenaustauschreaktion induzieren. Dies bietet die Möglichkeit, einerseits die Vernetzung der Partikel zu verbessern und andererseits eine gezielte Kontrolle der Haftung auf unterschiedlichen Substraten zu gewährleisten. Auch können auf diese Weise Liganden mit elektronisch leitenden Spacern eingebracht werden, um eine gute elektronische Verbindung der Partikel zu gewährleisten.

Die Sole werden bevorzugt mit Schleudertechniken auf Glassubstrate aufgebracht. Andere geeignete Beschichtungsverfahren sind Rakeln, Tauchbeschichtungen, Spraying und Elektrophorese. Durch Verdampfung des Lösungsmittels erfolgt der Übergang des aufgetragenen Sol zum Gel. Die anschließende Aushärtung des Gels findet bevorzugt bei Temperaturen zwischen 100°C und 300°C statt.

Erfindungsgemäße nanokristalline Partikel enthaltende Materialien werden bevorzugt für optische Komponenten wie beispielsweise als aktives Medium eines optisch gepumpten Lasers, als Wellenleiter oder als nichtlineares optischer Bauteil verwendet. Für die Verwendung als optischer Singlemode-Wellenleiter sind Mindestschichtdicken von 5 µm erforderlich. Im Rahmen der Erfindung konnten erstmals matrixfreie, nanokristalline Partikel enthaltende Materialien mit derartigen Schichtdicken realisiert werden. Eine Verwendung der erfindungsgemäßen Materialien für elektronische Komponenten ist bei Verwendung von elektronenleitenden Spacern gleichfalls möglich.

Weitere Vorzüge und vorteilhafte Aspekte der Erfindung ergeben sich aus den nachfolgenden Ausführungsbeispielen und den Figuren.

Es zeigen:

Fig. 1 die Quanteneffizienz erfindungsgemäßer Materialien mit CdSe-Kristalliten; und

Fig. 2 die optische Verstärkung erfindungsgemäßer Materialien mit CdSe-Kristalliten.

Nachfolgend wird zunächst ein Verfahren zur Herstellung erfindungsgemäßer Materialien skizziert.

40 ml 0,1 molarer Cd-Precursor (4 mmol), hergestellt durch Refluxieren von Cadmiumacetatdihydrat in Ethanol, wird im Vakuum (0,1 mbar) vollständig eingengt. Der weiße Rückstand wird in 5,4 ml 2-Butoxyethanol und 4,42 g (20 mmol) 3-Aminopropyltriethoxysilan gelöst und die farblose Lösung nachfolgend 15 Minuten refluxiert. Nach Abkühlen auf Raumtemperatur werden langsam und unter starkem Rühren 450 mg (2 mmol) Bis-(trimethylsilyl)selenid zugegeben. Man erhält eine intensiv gelb gefärbte, nanokristalline Cadmiumselenidpartikel-enthaltende Lösung mit einer CdSe-Konzentration von 0,2 M.

Die gelbe CdSe-Lösung wird anschließend 2 Stunden refluxiert, wobei eine Verfärbung nach Orange eintritt. Nachfolgendes Einengen im Vakuum (0,1 mbar) bei Temperaturen bis zu 170°C liefert ein oranges hochviskoses CdSe-Sol mit einer CdSe-Konzentration von 0,5 M.

Die Lösung kann nach Filtration (1,2 µm Filter) direkt zur Beschichtung von kommerziell erhältlichen Glasobjektträgern mittels Spin-On-Technik (1000 U/Min für 40 Sek.) eingesetzt werden. Die durch das Abdampfen des Lösungsmittels entstehenden feuchten, optisch transparenten und orangefarbenen Gel-Schichten werden zwei Stunden bei 250°C im Vakuum (< 1 mbar) gehärtet und im Vakuum bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Man erhält optisch transparente, matrixfreie CdSe-Filme mit Schichtdicken bis zu 10 µm.

In einem weiteren Ausführungsbeispiel könnte nach der gleichen Vorschrift wie oben vorgegangen und das Cd gegen Mg/Cd (ternärer Halbleiter) oder Zn ausgetauscht werden. Auf der Chalkogenseite wären entsprechend Sulfide und Telluride einzufügen.

Zur Bestimmung der optischen Verstärkung wurden die matrixfreien CdSe-Proben mit einem intensiven Pumpuls

eines Nanosekundenlasers, der mittels einer Zylinderlinse zu einem Strich fokussiert wurde, zur Emission angeregt. Mit dieser Methode können räumlich isotope Strahlungsanteile (spontane Emission) von räumlich gerichteten Strahlungsanteilen (stimulierte Emission) getrennt werden. Durch Messung der Intensitätsabhängigkeit der gerichteten Emission konnte ein überlinearer Anstieg und damit das Vorliegen einer Ladungsträgerinversion nachgewiesen werden. Der optische Gewinn aufgrund eines stimulierten Prozesses ist in seiner spektralen Abhängigkeit in Fig. 1 dargestellt. Zu erkennen ist, daß der optische Gewinn bei 2.4 eV ein Maximum besitzt. Diese Energie entspricht dem Wendepunkt der Absorptionsflanke im optischen Absorptionsspektrum. Dies entspricht den früheren spektroskopischen Beobachtungen an Quantenpunktmaterialien, welche ein Maximum der optischen Nichtlinearitäten dritter Ordnung ebenfalls am Wendepunkt der Absorptionsflanke besitzen.

Zur Bestimmung der Quanteneffizienz erfindungsgemäßer Materialien wurden matrixfreien CdSe-Filme in eine Ulbricht-Kugel eingebaut und die Lumineszenz mit einem Argonlaser angeregt. Sämtliches emittiertes Licht wurde in der Kugel gesammelt und auf einen geeichten Detektor gelenkt. Es wurde das Emissionsspektrum und das Verhältnis zwischen absorbierter und emittierter Strahlung bestimmt. So konnte direkt ein Maß für nichtstrahlende Verluste gewonnen werden. Das Ergebnis ist in Fig. 2 dargestellt. Man sieht, daß mit steigender Temperatur der optische Gewinn sinkt. Bei 16 K beträgt die spektrale Effizienz η 13%, bei 199 K 4% und bei 308 K immer noch 1,5%. Man erkennt eine breite Durchstimmbarkeit des Lasers, d. h. zwei strahlende Rekombinationsbereiche: die exzitronische Rekombination nahe der Absorptionskante und Rekombination aus tiefen Haftstellen bei niedrigeren Energien. Bei tiefen Temperaturen überwiegt die Trap-Fluoreszenz das Lasing.

Patentansprüche

1. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material für optische oder elektronische Komponenten, **dadurch gekennzeichnet**, daß die aus einem stabilisierende Liganden enthaltenden Sol abgeschiedenen Partikel als matrixfreier Film angeordnet sind.
2. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der matrixfreie Film durch Vernetzung der nanokristallinen Partikel untereinander über die Liganden gebildet ist.
3. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Liganden mindestens eine Elektronendonator-Gruppe und eine vernetzbare Gruppe aufweisen.
4. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Liganden einen Spacer aufweisen.
5. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Spacer elektronenleitende Eigenschaften aufweist.
6. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Ligand ein Aminopropylsilan ist.
7. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Film 1 bis 10 Vol.-% nanokristalline Partikel enthält.
8. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch ge-

kennzeichnet, daß die Partikel aus einem transparenten binären oder ternären Material bestehen.

9. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel aus einem II/VI-Halbleiter bestehen.

10. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel aus CdSe bestehen.

11. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel einen Durchmesser zwischen 1 nm und 8 nm aufweisen.

12. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Film eine Dicke zwischen 1 und 10 μm aufweist.

13. Nanokristalline Partikel enthaltendes Material nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Sol eine Konzentration von 0.01 M bis 3 M an nanokristallinen Partikeln aufweist.

14. Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß ein nanokristalline Partikel und stabilisierende Liganden enthaltendes Sol hergestellt, direkt auf ein Substrat aufgebracht und anschließend ausgehärtet wird.

15. Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß im Sol vor dem Aufbringen eine Ligandenaustauschreaktion durchgeführt wird.

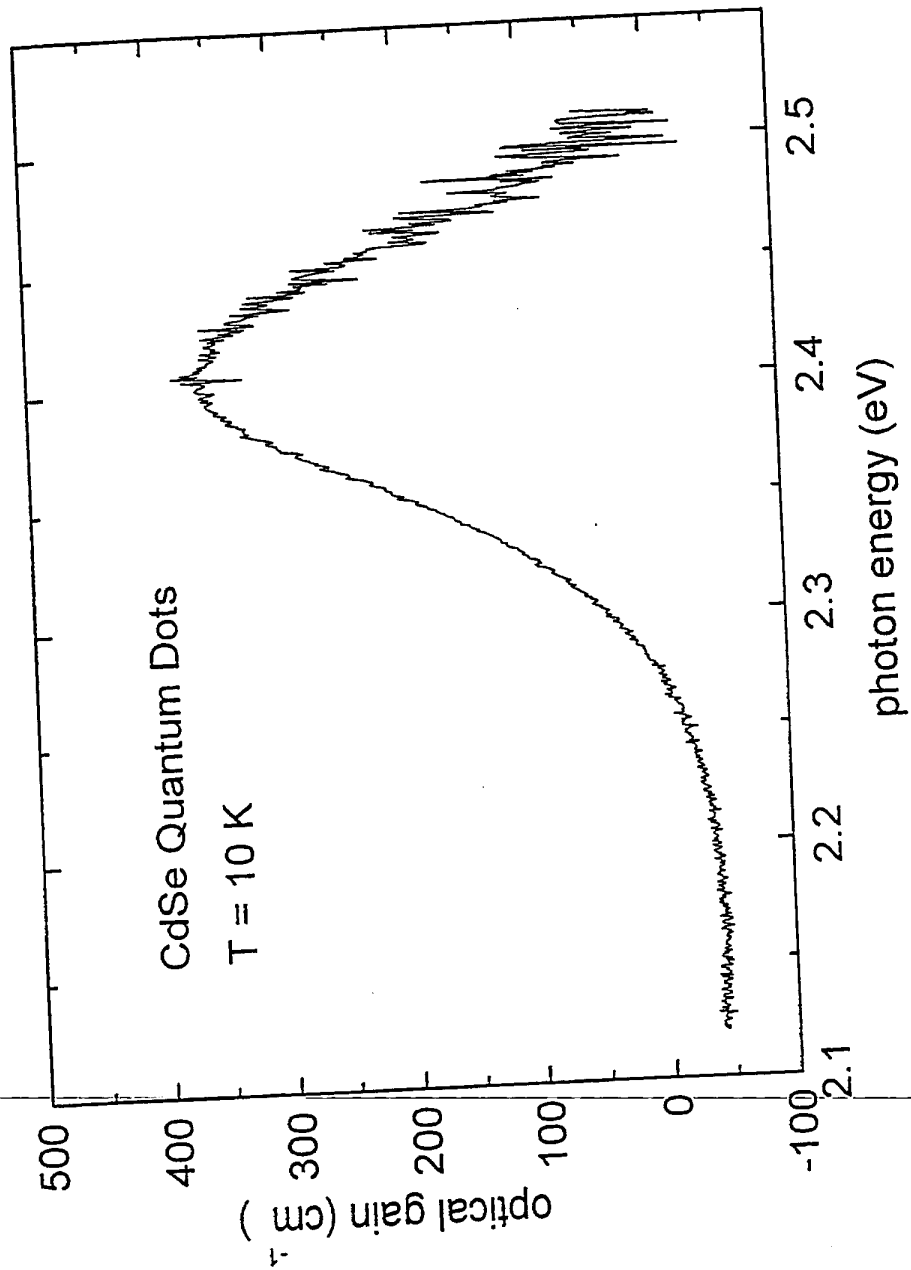
16. Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß das Aufbringen des Sols auf das Substrat durch Schleudern, Spraysen, Tauchbeschichten, Rakeln oder durch Elektrophorese erfolgt.

17. Verfahren zur Herstellung eines nanokristalline Partikel enthaltenden Materials nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß das Aushärten bei Temperaturen zwischen 100°C und 300°C durchgeführt wird.

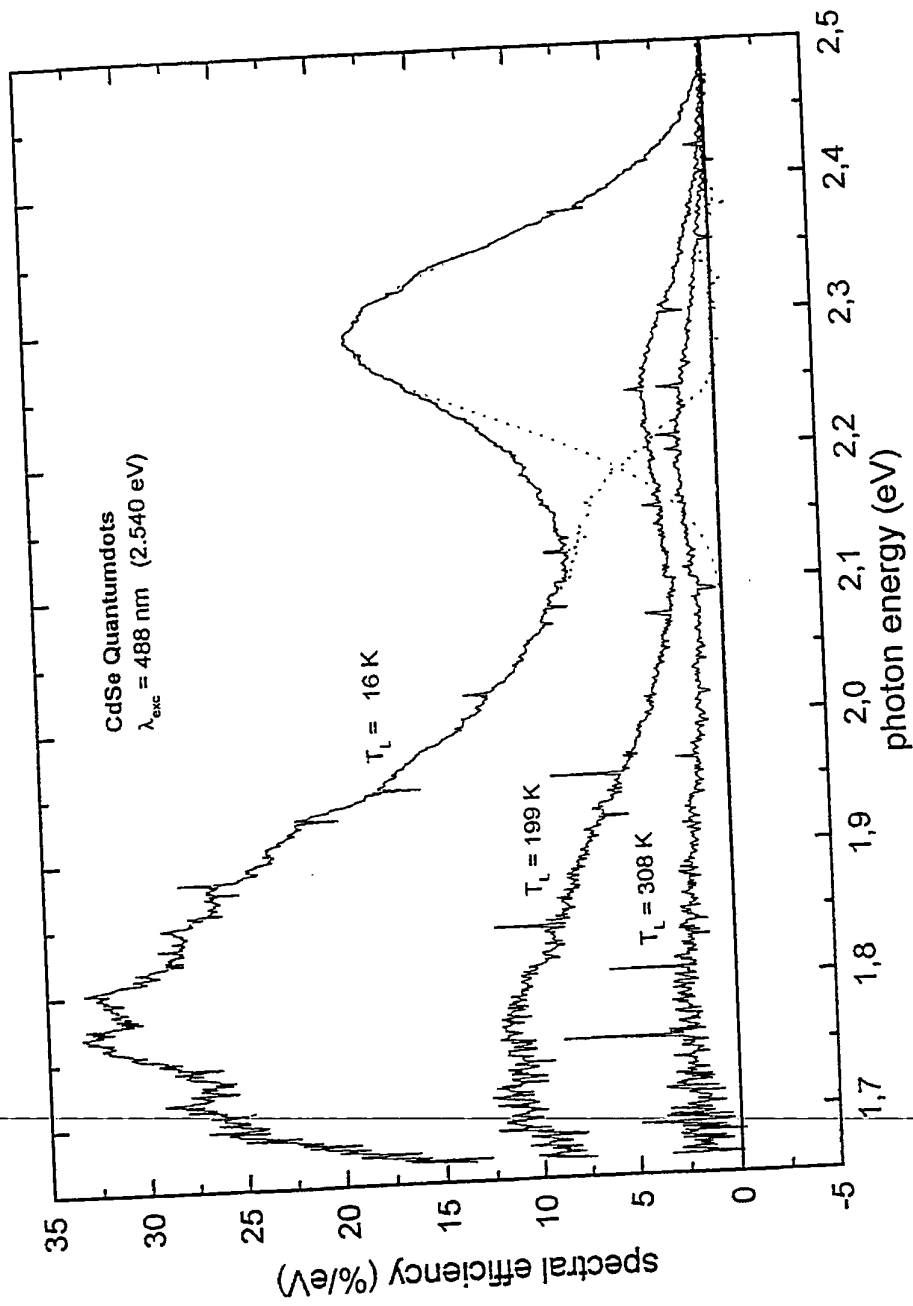
18. Verwendung eines Materials nach einem der Ansprüche 1 bis 13 als aktives Medium eines optisch gepumpten Lasers.

19. Verwendung eines Materials nach einem der Ansprüche 1 bis 13 als nichtlinearer optischer Wellenleiter.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen



Figur 1



Figur 2